

Növényi anyagok és szervesztrágyák tápanyagtartalmának vizsgálata

I. Az összes N, P és K meghatározása

SARKADI JÁNOS és KRÁMER MIHÁLY

MTA Talajtani és Agrokémiai Kutató Intézete, Budapest

Az irodalomból sok módszer ismeretes, mely lehetővé teszi, hogy ugyanabból a feltárásból határozhassuk meg különféle szerves anyagok összes N, P és K tartalmát. [1, 3, 6, 10 stb.]. Közismert, hogy a P kolorimetrikus és a K lángfotométeres meghatározásának egyik előfeltétele, hogy a vizsgálandó törzsoldat sav- és sókoncentrációja azonos legyen, mert a pH, ill. a sókoncentráció kisebb-nagyobb mértékben befolyásolja az eredményeket. Laboratóriumunkban eddig alkalmazott módszerünk szerint [8] a törzsoldatok H_2SO_4 töménységét titrálással állapítottuk meg és a titrálás eredményét figyelembevéve állítottuk be egyformára a szükséges mennyiségű H_2SO_4 -val a vizsgálandó oldatok SO_4 koncentrációját. Legutóbb HURTON és NYE [6] rámutatott arra, hogy az egyforma H_2SO_4 koncentráció egyszerűbb módon és gyorsabban, súlyméréssel is biztosítható. Az idézett cikk azonban a javasolt eljárás hibalehetőségeiről nem számol be részletesen. Egyébként is előkísérleteink szerint a feltárási H_2SO_4 és H_2O_2 keverékével gyorsabb, mint a fent említett szerzők által javasolt Se katalizátorral. Emiatt meg kellett vizsgálnunk, hogy a módszer alkalmas-e laboratóriumunkban a már régóta jól bevált P meghatározás használatára esetén is?

Kísérleti rész

Először megvizsgáltuk, hogy súlyméréssel gyakorlatilag milyen pontosan állíthatjuk be a H_2SO_4 koncentrációt. A Kjeldahl lombikok súlyát az anyag bemérése előtt táramérlegen 0,1 g pontossággal mértük le, majd a különböző szerves anyagokat H_2SO_4 és H_2O_2 keverékével elroncsoltuk. Roncsolás után a lombikokat újra táramérlegre tettük és golyaorral ellátott választótölcsérből adagolt cc. H_2SO_4 -val 20, ill. 50 g-ra egészítettük ki a roncsolmány súlyát. A lombikok tartalmát ezután mérőlombikokba mostuk át és a törzsoldat alikvot részének titrálásával ellenőriztük a H_2SO_4 normalitását.

Az 1. táblázatból látható, hogy bár a H_2SO_4 töménysége csak meglehetősen durván állítható be súlyméréssel, a várt 196 mg/ml H_2SO_4 koncentrációtól aránylag nagyszámú minta vizsgálata esetén is csak legfeljebb 22,4%-os eltérést tapasztaltunk.

A következőkben meg kellett vizsgálnunk, hogy a H_2SO_4 töménységének ilyen mérvű ingadozása milyen hibát okozhat a P és K meghatározásánál.

P meghatározás

Laboratóriumunkban növények és szervesztrágyák P tartalmát már hosszabb idő óta az általunk módosított „Photo-Rex” (metolos) módszerrel

1. táblázat

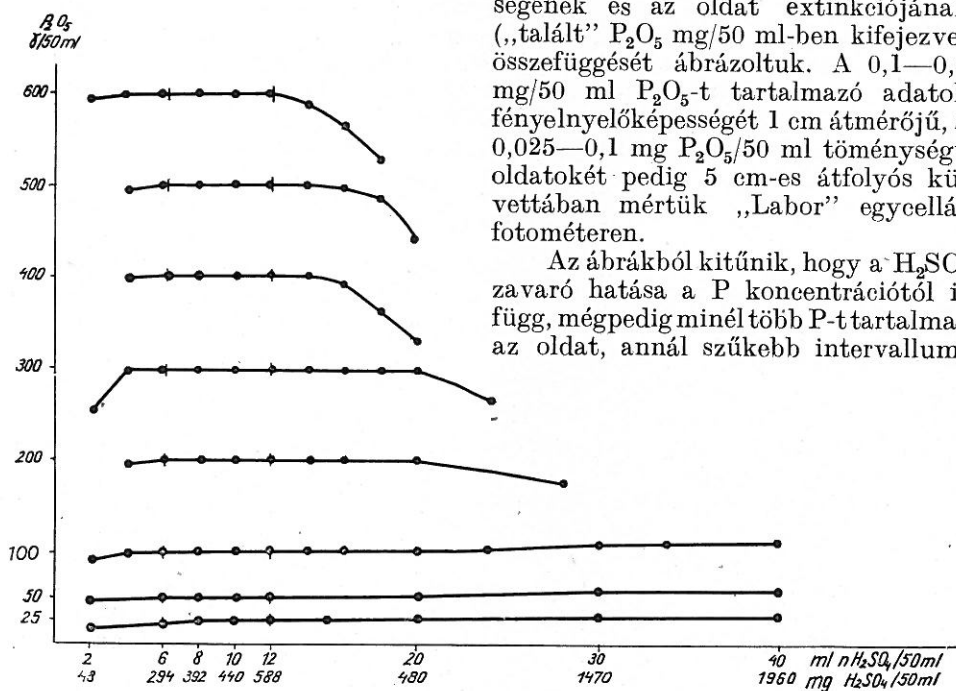
A törzsoldatok H_2SO_4 töménységének ingadozása a különféle bemérések esetén

(1) Az elvégzett vizsgálatok száma	(2) A vizsgált anyag	(3) Bemért mennyi- ség g	(4) A roncsolmány súlya a H_2SO_4 kiegészítés után g	(5) A törzs- oldat tér- fogata ml	(6) A törzsoldat H_2SO_4 tartalma mg/ml				
					Átlag	Maxi- mum	Mini- mum	Legnagyobb eltérés %	
								az átlagtól	a számi- tattól
14	a) búzaszem	2	20	100	186	206	152	18,1	22,4
26	b) kukoricaszár	5	50	250	183	194	156	14,8	19,5
10	c) búzaszalma	5	50	250	182	191	168	7,6	14,2
6	d) ist. trágya	2	40	200	177	188	164	7,4	16,3
56	e) összesen				183	206	152	17,0	22,4

vizsgáljuk [8]. Az eredeti előírás szerint a vizsgálandó savas oldatokat semlegesíteni kell, s a redukált P-molibdenát komplex kialakulásához szükséges H_2SO_4 -at már a reagens, az ammonmolibdát tartalmazza. A következőkben megvizsgáltuk, hogy a vizsgálandó oldat H_2SO_4 tartalma mennyire befolyásolja a kékszínű komplex fényelnyelő képességét. Ebben az esetben az ammonmolibdát reagenst természetesen H_2SO_4 nélkül készítettük. Az 1. ábrán különböző töménységű KH_2PO_4 standard oldatokhoz adott H_2SO_4 mennyi-

ségének és az oldat extinkciójának („talált” P_2O_5 mg/50 ml-ben kifejezve) összefüggését ábrázoltuk. A 0,1—0,6 mg/50 ml P_2O_5 -t tartalmazó adatok fényelnyelőképességét 1 cm átmérőjű, a 0,025—0,1 mg P_2O_5 /50 ml töménységű oldatokat pedig 5 cm-es átfolyós küvettában mértük „Labor” egycellás fotométeren.

Az ábrákból kitűnik, hogy a H_2SO_4 zavaró hatása a P koncentrációtól is függ, mégpedig minél több P-t tartalmaz az oldat, annál szűkebb intervallum-



1. ábra

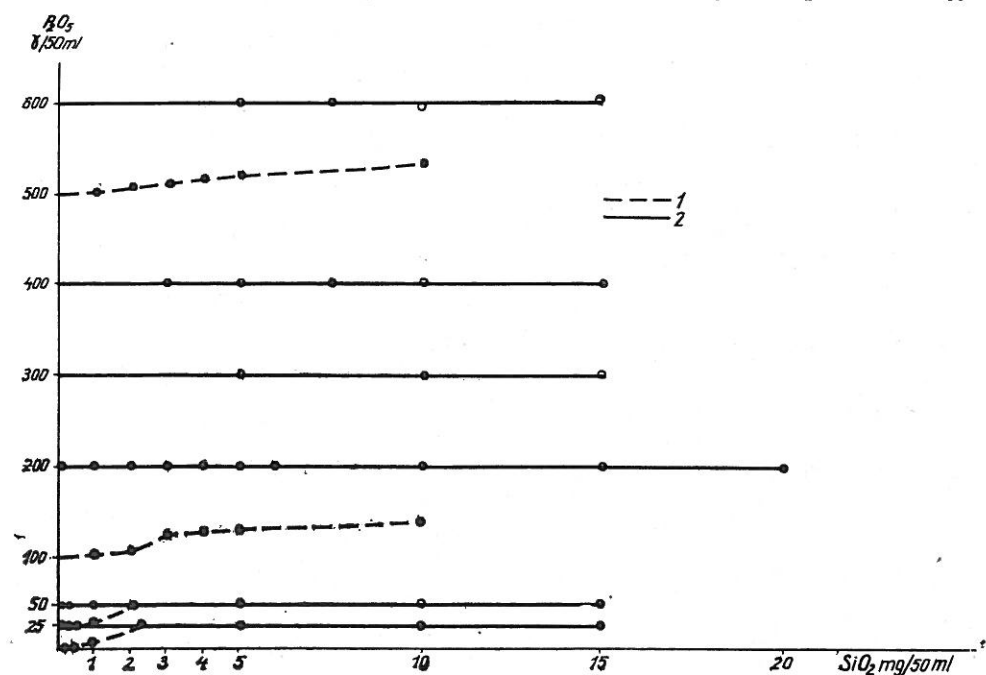
Az oldatok H_2SO_4 tartalmának és extinkciójának összefüggése (talált P_2O_5 -ben kifejezve)

ban állandó a komplex fényelnyelőképessége. E jelenség okának alapos kutatása messze vezetett volna, megelégedtünk azzal a ténnyel, hogy vizsgálati körülményeink között 300—600 mg $H_2SO_4/50$ ml koncentráció esetén a képződött P-molibdát komplex fényelnyelőképessége gyakorlatilag állandónak tekinthető. Minthogy az 1. táblázat szerint a törzsoldatok H_2SO_4 tartalma 150—210 mg/ml között ingadozik, a P-meghatározáshoz 2,5 ml-t célszerű kipipettázni, ha 50 ml-es mérőlombikokban alakítjuk ki a redukált P-molibdát komplexet.

A vizsgálandó oldatokban a zavaró ionok közül H_2SO_4 -on kívül nagyobb mennyiségben szilíciummal és vassal számolhatunk. Az irodalom szerint a H_2SO_4 töménysége a szilíciummolibdát komplex kialakulását is befolyásolja [7, 9], ezért ezt a kérdést is meg kellett vizsgálnunk.

a) SiO_2 zavaró hatása

Régebbi vizsgálataink szerint — azonos H_2SO_4 tartalom esetén —, ha a törzsoldatok semlegesítése után borkősavval maszkírozzuk a Si-ot, még 20 mg $SiO_2/50$ ml sem zavarja a metolos P meghatározást. A 2. ábrán bemutatott kísérleteink szerint azonban sajnos savas közegben a maszkírozó hatás sokkal kisebb. 50 ml-es mérőlombikokba különböző mennyiségű KH_2PO_4 , ill. SiO_2 (vízüveg formájában) standardokat pipettáztunk, majd mindegyik lombikba 10 ml n H_2SO_4 -t adtunk. A 2. ábrán a fekete pontok (szaggatott vonal) jelzik azon vizsgálatok eredményét, ahol semlegesítés nélkül adtunk 5 ml 1%-os borkősav oldatot, ill. a reagenseket. Az üres körökkel jelzett pontokat úgy



2. ábra

A SiO_2 töménységének befolyása a talált P_2O_5 mennyiségére. 1. előzetes semlegesítés nélkül, 2. előzetes semlegesítés után

kaptuk, hogy a H_2SO_4 adagolása után az oldatokat fenoltalein mellett NaOH -dal semlegesítettük; s ezután adagoltuk a borkósavat, ill. a reagenseket. A két sorozatban végül is a színes oldatok H^+ -koncentrációja egyforma volt (0,2 n), mert az I sorozatban H_2SO_4 -mentes, míg a második sorozatban 490 mg H_2SO_4 -t tartalmazó ammoniummolibdát oldatot adtunk az 50 ml-es lombikokba. (Az egyéb reagensek, tehát a redukáló oldat és a Na-acetát azonosak voltak.) Az ábrákból látható, hogy semlegesítés nélkül kb. 0,5—1 mg SiO_2 — a P_2O_5 mennyiségétől függően — kisebb-nagyobb pozitív hibát okoz. E hibát sajnos a borkósav töménységének növelésével sem tudtuk kiküszöbölni. Az irodalmi adatok és saját vizsgálataink szerint azonban a vizsgálandó anyagok nem tartalmaznak lényegesen (2—3-szor) több SiO_2 -ot, mint P_2O_5 -ot. Ilyen esetben, mint az a görbéből kitűnik, a SiO_2 zavaró hatása még előzetes semlegesítés nélkül is elhanyagolható, sőt ilyenkor — amint ez a 2. táblázatból látható — a H_2SO_4 töménység ingadozása sem befolyásolja az eredményeket.

Előfordulhat azonban — különösen földes komposztok vagy pl. rizszalma vizsgálata esetén —, hogy a törzsoldatok jóval több SiO_2 -ot tartalmaznak. Ezért célszerű a P meghatározás előtt a vizsgálandó törzsoldat Si-tartalmát is meghatározni. Erre a célra természetesen szemikvantitatív vizsgálat is elegendő (lásd függelék).

2. táblázat

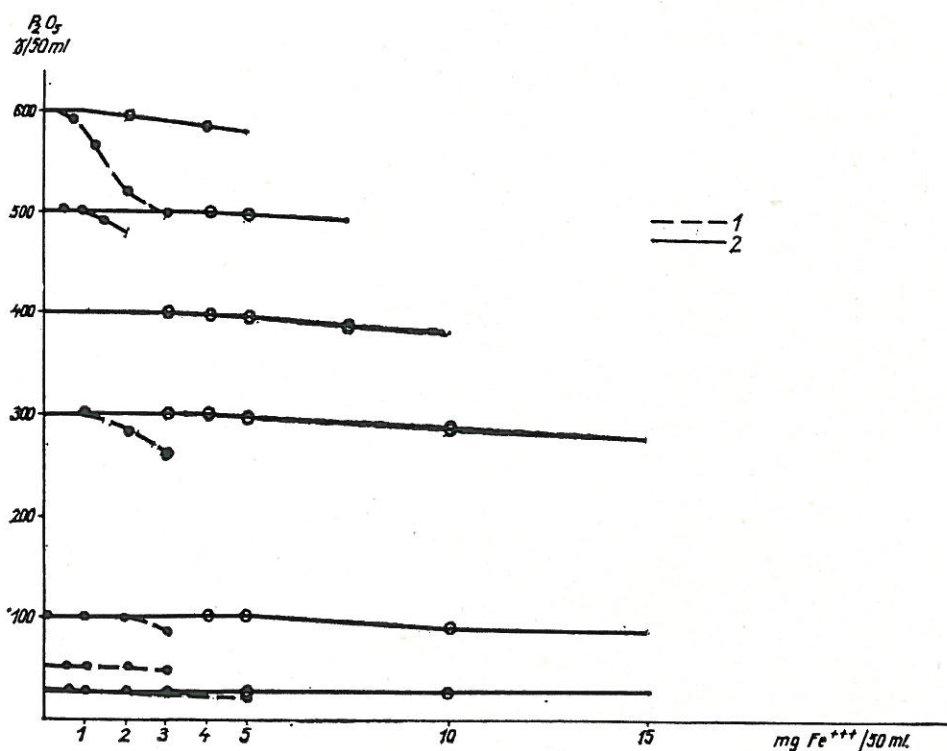
A törzsoldatok H_2SO_4 tartalmának befolyása a SiO_2 zavaró hatására (borkósav oldat jelenlétében)

(1) Bemért P ₂ O ₅	H ₂ SO ₄	(2) Előzetes semlegesítés nélkül			(3) Előzetes semlegesítéskor		
		SiO ₂	talált P ₂ O ₅	Eltérés relatív%	SiO ₂	talált P ₂ O ₅	Eltérés relatív%
		mg/50 ml			mg/50 ml		
0,025	490	—	0,025	—	—	0,0250	—
0,025	368	0,25	0,026	+4,0	10	0,0265	+6,0
0,025	588	0,25	0,026	+4,0	10	0,0260	+4,0
0,050	490	—	0,050	—	—	0,0500	—
0,050	368	0,25	0,053	+6,0	15	0,0495	—1,0
0,050	588	0,25	0,051	+2,0	15	0,0505	+1,0
0,100	490	—	0,100	—	—	0,100	—
0,100	294	0,50	0,101	+1,0	15	0,101	+1,0
0,100	588	0,50	0,101	+1,0	15	0,102	+2,0
0,300	490	—	0,300	—	—	0,300	—
0,300	294	0,60	0,302	+0,7	15	0,296	—1,3
0,300	588	0,60	0,300	0,0	15	0,300	0,0
0,600	490	—	0,600	—	—	0,600	—
0,600	294	1,20	0,605	+0,8	15	0,608	+1,3
0,600	588	1,20	0,595	—0,8	15	0,596	—0,7

Ha a vizsgálandó oldat 1 ml-e 0,2 mg SiO_2 -nál többet tartalmaz, úgy a P meghatározáshoz kipipettázott törzsoldatot előzetesen semlegesíteni kell. Amint a 2. ábrából, ill. a 2. táblázatból látható, ilyen esetben még 20 mg SiO_2 sem zavarja a P meghatározást.

b) Fe^{+++} zavaró hatása

Növényminták általában kevés vasat tartalmaznak, azonban komposztok vagy éppenséggel talajok vizsgálata esetén nagyobb vastartalommal is számolhatunk. Először azonos H_2SO_4 tartalmú (980 mg H_2SO_4 /50 ml) oldatokban vizsgáltuk a vas zavaró hatását. A Si vizsgálatokhoz hasonlóan 50 ml-es lombikokba különböző mennyiségű P és Fe [KH_2PO_4 , ill. $FeNH_4(SO_4)_2$ formájában] standardokat, majd 10 ml n H_2SO_4 -at és 5 ml 1%-os borkősavat pipetáztunk. A reagensek hozzáadása után a lombikokat jelig töltöttük, majd a 0,1—0,6 mg/50 ml P_2O_5 tartalmú oldatok fényelnyelőképességét 1 cm-es, a 0,025—0,1 mg P_2O_5 tartalmú oldatokét 5 cm-es átfolyós küvettában mértük. E vizsgálatok eredményeit a 3. ábrán fekete pontok (szaggatott vonalak) jelzik. Az ábrákból kitűnik, hogy a Fe^{+++} zavaró hatása függ a P koncentrációtól is: 25—50 γ /50 ml P_2O_5 jelenlétében még 2 mg Fe sem zavar, viszont 600 γ P_2O_5 mellett már 0,5 mg Fe is csökkenti a képződő komplex fényelnyelőképességét. Mindenesetre növényminták általában jóval kevesebb Fe^{+++} -t szoktak tartalmazni, mint P-t, így a Fe^{+++} zavaró hatásától nem kell tartanunk. A 3. táblázat adatai szerint a különböző H_2SO_4 koncentráció sem befolyásolja lényegesen a Fe^{+++} zavaró hatását. Ha a vizsgálandó törzsoldat 0,2 mg/ml (0,5 mg/2,5 ml) Fe^{+++} -nál többet tartalmazna, úgy előzetes redukcióval küszöbölhetjük ki a zavaró hatást. Előkísérleteink szerint a redukció



3. ábra

A ferri ion töménységének befolyása a „talált” P_2O_5 mennyiségére borkősav jelenlétében.
1. előzetes redukció nélkül, 2. előzetes redukció után.

3. táblázat

A törzsoldatok Fe^{+++} tartalmának befolyása a Fe zavaró hatására
(borkősav oldat jelenlétében)

(1) Bemert P ₂ O ₅	H ₂ SO ₄	(2) Előzetes redukció nélkül			(3) Előzetes redukció után		
		Fe ⁺⁺⁺	talált P ₂ O ₅	Eltérés relatív %	Fe ⁺⁺⁺	talált P ₂ O ₅	Eltérés relatív %
mg/50 ml					mg/50 ml		
0,025	490	—	0,0250	—	—	0,025	—
0,025	368	1,0	0,0255	+2,5	5,0	0,0245	—2,5
0,025	588	1,0	0,0253	+1,2	5,0	0,025	0,0
0,050	490	—	0,0500	—	—	0,050	—
0,050	368	1,0	0,0498	—0,4	5,0	0,048	—4,0
0,050	588	1,0	0,0504	+0,8	5,0	0,050	0,0
0,100	490	—	0,100	—	—	0,100	—
0,100	368	1,0	0,102	+2,0	5,0	0,103	+3,0
0,100	588	1,0	0,101	+1,0	5,0	0,104	+4,0
0,300	490	—	0,300	—	—	0,300	—
0,300	368	0,5	0,302	+0,7	4,0	0,290	—3,3
0,300	588	0,5	0,297	—1,0	4,0	0,288	—4,0
0,600	490	—	0,600	—	—	0,500	—
0,600	368	0,3	0,610	+1,7	4,0	0,499	—0,2
0,600	588	0,3	0,590	—1,7	4,0	0,502	+0,4

Na_2SO_3 -tal végezhető el a legkényelmesebben. A 3. ábrán az üres körökkel jelzett pontokat úgy kaptuk, hogy a különböző P, ill. Fe^{+++} tartalmú oldatokhoz 5 ml 10%-os Na_2SO_3 oldatot adtunk, majd 1 óráig forró vízfürdőn tartottuk. Kihűlés után adagoltuk a borkősav oldatot, ill. az egyéb reagenseket. Az eredményekből kitűnik, hogy a P_2O_5 -tartalom itt is befolyásolja az eredményeket, de a gyakorlatban előforduló Fe^{+++} koncentrációk zavaró hatása az előzetes redukcióval kiküszöbölhető. A 3. táblázatból kitűnik, hogy a H_2SO_4 ingadozás sem okoz lényeges hibát.

K meghatározás

Közismert, hogy a vizsgálandó oldatok sav, ill. sótartalma befolyásolja a lángfotométeren mért kettős vörös kálium vonal (7665/7699 Å) fényének intenzitását. Régebbi vizsgálatainkból [8] is tudjuk, hogy minél több SO_4 -t tartalmaz az oldat, annál inkább csökken azonos K töménység esetén a galvanométer kitérése. (Méréseinket Schuhknecht—Waibel lángfotométeren végeztük.) Figyelembe véve a vizsgálandó oldatok várható K tartalmát, továbbá a készülék érzékenységét, a törzsoldatok 5-szörös hígítása látszott legmegfelelőbbnek. Az előbbieik szerint a hígított törzsoldatok H_2SO_4 töménysége 1,52—2,06 g/50 ml között ingadozhat. A 4. ábrából látható, hogy a H_2SO_4 zavaró hatása abszolút értékben annál nagyobb, minél több K-t tartalmaz a vizsgálandó oldat, azonban e zavaró hatás a törzsoldatainkban várható K mennyiségek esetén sehol sem haladja meg a 2% relatív eltérést. E hiba gyakorlati vizsgálatoknál

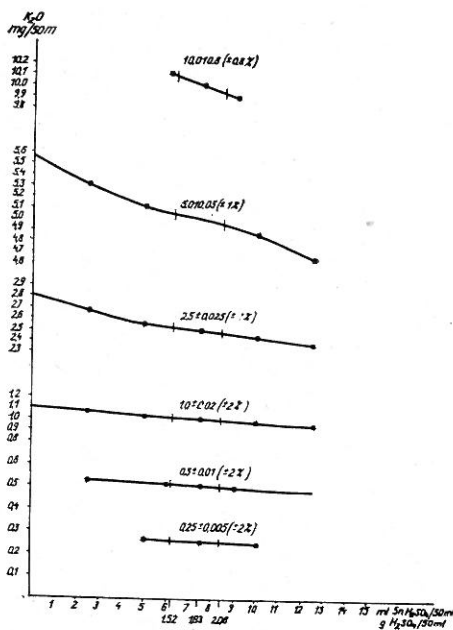
elhanyagolható. A továbbiakban azt is megvizsgáltuk, hogy a H_2SO_4 -töménység ingadozása mennyiben befolyásolja a Ca zavaró hatását. 50 ml-es mérőlombikban különböző töménységű K_2SO_4 , ill. $CaCl_2$ oldatokat mértünk be, a „talált” K_2O értékeket a Ca mentes 0,75 n H_2SO_4 -as (1835 mg/50 ml H_2SO_4) standardokból olvastuk le. A 4. táblázatból látható, hogy a Ca zavaró hatása elsősorban a kis K-koncentrációk mérésekor észlelhető.

Mivel a növények a K-nál általában kevesebb Ca-t tartalmaznak, növényi anyagok vizsgálatánál a Ca zavaró hatása elhanyagolható.

A módszer ellenőrzése ismert NPK tartalmú oldatokkal

Miután az egyes zavaró tényezők hatását standard oldatokban tisztáztuk, néhány növény és trágyamintát ismert N, P, K tartalmú standard hozzáadása után is elroncsoltunk. Az 5. táblázatban közölt eredmények szerint a „talált” értékek jól egyeznek a számított értékekkel, a relatív eltérés még a K_2O meghatározások esetében sem éri el az 5%-ot.

Megjegyezzük még, hogy a szériavizsgálatok során néha előfordul, hogy valamilyen szisztematikus hiba torzíthatja az eredményeket. Ezért célszerű minden egyes vizsgálandó sorozathoz egy pontosan meghatározott, állandó, jól homogenizált anyagot (pl. búzalisztet) is standardként bemérni. Így a standard anyag elemzési adatainak szórásából következtethetünk a vizsgálat pontosságára.



4. ábra

A H_2SO_4 töménység befolyása a „talált” K_2O tartalomra

A javasolt eljárás:

Fenti kísérleteink alapján az alábbiakban közöljük az elemzés részletes menetét.

1. Roncsolás.

Szükséges kémszerek:

1. cc H_2SO_4 (fs = 1,84)

2. 30%-os NPK mentes H_2O_2

3. szelénkatalizátor (vörös szelén vagy bármely vízben oldható szelénsó).

A minta tápanyagtartalmától, ill. homogenitásától függően 1–10 g anyagot 100–500 ml-es Kjeldahl lombikba mérünk. A lombik súlyát előzetesen táramérleggel 0,1 g pontossággal lemérjük. Száraz, porszerű anyag bemérése esetén a lombik nyakára tapadt anyagot 10 ml deszt. vízzel (menzurából) a lombikba mossuk, majd a beméréstől függően 10–25 ml cc H_2SO_4 -at (2 g száraz anyagra általában 10 ml cc H_2SO_4 -t számítunk) adunk hozzá. Alapos átkeverés után gyenge gázlágon addig melegítjük, míg az intenzív C kiválás miatt az anyag megfeketedik. Sok meszet, fehérjét tartalmazó anyagot (pl. komposztot) célszerű a túlságos habképződés elkerülése érdekében melegítés előtt 24 óráig szobahőfokon vagy 1–2 óráig vízfürdőn állni hagyni. Az anyag megfeketedése után óvatosan állandó rázás közben apró (1/2–1 ml-es) rész-

4. táblázat

A vizsgálandó oldat H_2SO_4 tartalmának befolyása a Ca zavaró hatására K meghatározásnál

(1) Bemért		(2) Talált K_2O mg/50 ml			(3) Eltérés relatív %		
K_2O	CaO	1520	1835	2060	1520	1835	2060
mg/50 ml		mg H_2SO_4 jelenlétében			mg H_2SO_4 jelenlétében		
0,25	—	—	0,250	—	—	—	—
0,25	1,0	—	0,255	—	—	+2,0	—
0,25	2,0	—	0,260	—	—	+4,0	—
0,25	4,0	—	0,265	—	—	+6,0	—
0,50	—	0,515	0,500	0,493	+3,0	—	-1,4
0,50	1,0	0,520	0,500	0,500	+4,0	0,0	0,0
0,50	2,5	0,534	0,525	0,522	+6,8	+0,5	+4,4
0,50	5,0	0,550	0,540	0,533	+10,0	+8,0	+6,6
1,0	—	—	1,000	—	—	—	—
1,0	1,0	—	1,012	—	—	+1,2	—
1,0	2,0	—	1,012	—	—	+1,2	—
1,0	4,0	—	1,014	—	—	+1,4	—
5,0	—	5,05	5,00	4,98	+1,0	—	-0,4
5,0	10,0	5,09	5,00	5,02	+1,8	0,0	+0,4
5,0	20,0	—	5,02	—	—	+0,4	—
5,0	25,0	5,17	—	5,06	+3,4	—	+1,2
5,0	30,0	—	5,05	—	—	+1,0	—
10,0	—	10,08	10,0	9,93	+1,6	—	-1,4
10,0	10,0	—	10,0	—	—	0,0	—
10,0	20,0	—	10,0	—	—	0,0	—
10,0	30,0	10,28	10,0	9,94	+5,6	0,0	-1,2
15,0	—	—	15,0	—	—	—	—
15,0	10,0	—	15,0	—	—	0,0	—
15,0	20,0	—	15,0	—	—	0,0	—
15,0	50,0	—	15,0	—	—	0,0	—

letekben — 1—2 g-os bemérés esetén — 5 ml (nagyobb bemérésnél 10 ml) 30%-os N, P, K mentes H_2O_2 -t adunk a lombikba. Amikor az intenzív habzás megszűnik, óvatosan melegíteni kezdjük. A H_2O_2 elbomlása után, az SO_3 gőzök megjelenésekor a gázlángot eloltjuk, s lehűlés után (amikor a lombik alja már kézzel megfogható) újra megismételjük a H_2O_2 adagolást, majd tovább roncsolunk. A H_2O_2 adagolást addig folytatjuk, míg az oldat szintelen nem lesz. Ezután kb. 5—10 ml deszt. vizet adunk a lombikba s az anyagot az SO_3 gőzök megjelenéséig újra felforraljuk. (Erre a H_2O_2 nyomainak eltávolítása végett van szükség.) Ha kellő számú roncsoló hely áll rendelkezésünkre, úgy a H_2O_2 adagolást elhagyhatjuk, és a roncsolást 0,1 g szelénnel katalizáljuk. Így — igaz, hogy a roncsolás tovább tart — de kevesebb munkát igényel.

Lehűlés után azonnal táramérlegen lemérjük a lombikot, és annyi cc H_2SO_4 -t csepegtetünk hozzá, hogy a lombikban lévő folyadék súlya 20 g (nagyobb bemérés esetén 40, ill. 50 g) legyen. A H_2SO_4 -at kényelmesen lehet pl. golyaorral ellátott választótölcsérből adagolni. Ezután a lombik tartalmát 100 ml-es (40 g-os súlykiegészítés esetén 200, 50 g-os esetén 250 ml-es) mérőlombikba mossuk, lehűlés után deszt. vízzel jelig töltjük, ha szükséges, alapos összerázás után megsűrjük.

2. N meghatározása.

Szükséges kémszerek:

1. telített NaOH oldat (kb. 40%-os)

2. 1%-os bórsav oldat. 10 g H_3BO_3 -at 1000 ml-es mérőlombikba mérünk és a deszt. vízzel jelig feltöltjük.

5. táblázat
Az ellenőrző vizsgálatok eredményei

(1) Vizsgált minta	(2) Hozzáadott			(3) Talált			(4) Eltérés a számítottól		
	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O	N	P ₂ O ₅	K ₂ O
	mg/l g anyag						relatív %		
a) Búzaszem	— 10	— 5,0	— 6,0	20,9 30,8	8,3 13,1	5,0 11,5	—0,3	—1,5	+4,5
b) Búzaszalma	— 2,5	— 0,5	— 6,0	3,62 6,03	0,68 1,15	5,0 10,5	—1,5	—2,5	—4,5
c) Kukoricaszem	— 7,5	— 5,0	— 8,0	13,6 21,0	6,6 11,9	4,0 12,2	—0,5	+2,5	+1,7
d) Kukoricaszár	— 5,0	— 1,0	— 6,0	4,87 9,89	1,36 2,35	8,5 14,5	+0,2	—0,4	± 0
e) Bükköny- széna	— 10,0	— 5,0	— 6,0	26,7 36,6	3,81 8,62	21,4 28,0	—0,3	—2,1	+2,2
f) Istállótrágya	— 5,0	— 5,0	— 8,0	28,9 33,6	14,2 18,9	42,1 50,0	—0,9	—1,6	—0,2
g) Komposzt	— 10	— 5,0	— 8,0	12,5 22,8	3,35 8,50	7,9 16,3	+1,3	+1,8	+2,5
h) Átlag							—0,3	—0,5	+1,2

3. n/70 H₂SO₄

4. Keverék indikátor: 2 rész 0,1%-os alkoholos metilvörös és 1 rész 0,1%-os alkoholos metilénkék elegeye.

A törzsoldat alikvot részét (10—20 ml) Parnass—Wagner készülékben NaOH oldattal fenolftalein jelenlétében meglúgosítjuk, az NH₃-t vízgőzzel 20 ml 1%-os, —2 csepp keverék indikátort tartalmazó — borsavba desztilláljuk (elzöldüléstől 6 percig), majd n/70 H₂SO₄-val megtitrláljuk. 1 ml n/70 H₂SO₄ = 0,2 mg N.

3. P meghatározása.

A megfelelő eljárás megválasztása érdekében célszerű az egyes vizsgálandó anyag-félcégek Si és Fe tartalmáról előzetesen tájékozódni. Ez az alábbiak szerint egyszerűen elvégezhető:

a) Szemikvantitatív Si meghatározás.

Szükséges kémszerek:

1. 5%-os ammonmolibdát. 50 g p. a. ammonmolibdátot gyenge melegítéssel (50—60°) mintegy 500 ml deszt. vízben feloldunk, az oldatot 1000 ml-es mérőlombikba öntjük, s kihűlés után deszt. vízzel jelíg töltjük.

2. SiO₂ standard: 0,203 g Na₂SiO₃-t 1000 ml-es mérőlombikba mérünk és deszt. vízzel jelíg töltjük. Az oldat 1 ml-e 0,1 mg SiO₂-t tartalmaz. (A standardot ismert SiO₂ töménységű vízüvegoldat hígítása révén is elkészíthetjük.)

3. n H₂SO₄.

A törzsoldatból 1 ml-t 20 ml-es jellel ellátott kémcsőbe pipettázunk, hozzáadunk kb. 15 ml deszt. vizet, majd 1,2 ml 5%-os ammonmolibdát oldatot, végül deszt. vízzel jelíg töltjük, s az oldatot jól összerázzuk. 10 perc múlva fehér papír felett SiO₂ standardokkal hasonlítjuk össze. A SiO₂ standardokat a következőképp készítjük. A 0,1 mg/ml SiO₂ tartalmú oldatból 1, 2, 3 ml-t 20 ml-es jellel ellátott kémcsőbe pipettázunk, hozzáadunk 4 ml n H₂SO₄-t, kb. 10 ml deszt. vizet, majd 1,2 ml 5%-os ammonmolibdátot és végül a kémcsőveket deszt. vízzel jelíg töltjük. A Si-molibdát színe nem állandó, úgyhogy a standardot is mindig ugyanakkor kell készíteni, amikor a törzsoldat Si-tartalmát vizs-

gáljuk. Ha a vizsgálandó törzsoldat 0,2 mg/ml SiO_2 -nál kevesebbet tartalmaz, akkor a c) pont alatt, ha többet, úgy a d) pont alatt ismertetett eljárás szerint határozzuk meg a P tartalmat.

b) Szemikvantitatív Fe^{+++} meghatározás.

Szükséges kémszerek:

1. 10% KSCN oldat: 10 g KSCN pur.-ot 100 ml-es mérőlombikba mérünk, deszt. vízben feloldjuk és jelig töltjük.

2. Fe^{+++} standard: 0,0864 g ferriammoniumsulfátot 100 ml-es lombikban 30—40 ml deszt. vízben enyhe melegítés közben oldunk, 37,5 ml 10 n H_2SO_4 -t adunk hozzá, majd lehűlés után a lombikot deszt. vízzel jelig töltjük. Az oldat 0,1 mg/ml Fe^{+++} -t tartalmaz.

A vizsgálandó törzsoldatból 1 ml-t 20 ml-es jellel ellátott kémcsőbe pipettázunk, kb. 15 ml deszt. vizet, majd 2 ml 10%-os KSCN oldatot adunk hozzá, és a kémcső tartalmát jól összerázzuk. Az oldat színét komparátorban Fe standardokkal hasonlítjuk össze. A Fe standardok készítése: A 0,1 mg/ml Fe^{+++} -t tartalmazó oldatból 1, 2, 3 ml-t kémcsőbe pipettázunk, majd ugyanúgy adagoljuk a reagenst és a deszt. vizet, mint a vizsgálandó oldat esetében. Ha a vizsgálandó oldat 0,2 mg/ml-nél több vasat tartalmaz, úgy az e) pont alatt ismertetett eljárás szerint történik a P meghatározás.

c) P meghatározás 0,2 mg/ml-nél kevesebb SiO_2 , ill. Fe jelenlétében.

A vizsgálandó anyagok legtöbbszörénél ez az eset fordul elő.

Szükséges kémszerek:

1. 5%-os ammoniummolibdát oldat (elkészítését lásd a) pont alatt).

2. Redukáló oldat. 1 g metolt, 150 g NaHSO_3 -t (vagy 75 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ -t) és 5 g $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ -t 1000 ml-es mérőlombikba mérünk és 700—800 ml meleg (40—50°-os) deszt. vízben feloldunk, kihűlés után deszt. vízzel a lombikot jelig töltjük.

3. 2,5 n Na-acetát, 340 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ -ot 1000 ml-es lombikba mérünk és a lombikot deszt. vízzel majdnem jelig töltjük. Ezután megmérjük az oldat pH-ját, s ha szükséges, ecetsavval vagy NaOH-dal $7,0 \pm 0,2$ pH-ra állítjuk, majd a lombikot deszt. vízzel jelig töltjük. Ha a Na-acetát P-t tartalmazna, feloldódás után kevés mészvízzel meglúgosítjuk és 2 óráig állni hagyjuk, majd leszűrjük. A szüredék pH-ját ecetsavval $7,0 \pm 0,2$ pH-ra állítjuk.

4. 1%-os borkősav oldat. 1 g borkősavat 100 ml-es lombikba mérünk és deszt. vízzel jelig töltjük. (Az oldat naponta frissen készítendő!)

5. P_2O_5 standard: 1,9167 g p. a. KH_2PO_4 -ot 1000 ml-es mérőlombikba mérünk s deszt. vízzel a lombikot jelig töltjük. Ebből az 1 mg/ml P_2O_5 -t tartalmazó oldatból rendre 0, 0,5, 1, 2, 4, 6, 8, 12, 16, 20, 24 ml-t 100 ml-es mérőlombikokba pipettázunk és mindegyik lombikba 37,5 ml 10 n H_2SO_4 -at adunk, majd a lombikokat jelig töltjük. A fenti oldatok 2,5 ml-e, 0, 12,5, 25, 50, 100, 150, 200, 300, 400, 500, 600 γ P_2O_5 -t tartalmaz.

Eljárás: A vizsgálandó törzsoldatból 2,5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk, hozzáadunk kb. 25 ml deszt. vizet, 5 ml 1%-os borkősavat, majd 2 ml redukáló oldatot és 2 ml 5%-os ammonmolibdátot. Az oldatot gondosan összerázzuk, és pontosan 20 perc múlva 10 ml 2,5 n Na-acetátot adunk hozzá, deszt. vízzel a lombikot jelig töltjük és újból összerázzuk. 10 perc után az oldat fényelnyelőképessége fotometrállható. Az oldat fényelnyelőképessége 3 óráig állandó.

A vizsgálandó oldatokkal egy időben az előre várható P tartalomnak megfelelő P standardokból (pl. 5—150 γ P_2O_5 /ml tartalmú törzsoldatok vizsgálata esetén a 0, 12,5, 25, 50, 100, 150 γ -ás, nagyobb P koncentráció esetén a 0, 100, 200, 300, 400, 500, 600 γ -ás standardokból) 2,5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk s a továbbiakban ugyanúgy kezeljük, mint a vizsgálandó oldatokat.

A kolorimetrálist igen meggyorsítja, ha átfolyós kuvettákkal dolgozunk. Előfordulhat, hogy a kis fényelnyelőképességű oldatokat 3—5 cm vastag átfolyós kuvettában kell mérnünk, s ilyenkor 50 ml nem elég a kuvetta átmosásához és megtöltéséhez. Ebben az esetben a vizsgálandó törzsoldatból 5 ml-t 100 ml-es mérőlombikba veszünk ki, és az eljárásban leírtak szerint, de kétszeres mennyiségű reagenssel dolgozunk. Természetesen ebben az esetben a standard oldatokból is 5 ml-t veszünk ki 100 ml-es lombikokba.

Ha a vizsgálandó törzsoldat 0,25—0,30 mg/ml-nél több P_2O_5 -ot tartalmaz, úgy csak 1 ml törzsoldatot pipettázunk az 50 ml-es lombikba, és a szükséges kénsav töménység eléréséhez még 6 ml n H_2SO_4 -t adunk a lombikba.

d) *P meghatározás* 0,2 mg/ml-nél több SiO_2 jelenlétében.

Szükséges kémszerek:

1. Ammonmolibdát oldat. 50 g p. a. ammonmolibdátot 300—400 ml deszt. vízben feloldunk, hozzáadunk 500 ml 10 n H_2SO_4 -t, kihülés után 1000 ml-es lombikban deszt. vízzel jelíg töltjük.

2. Redukáló oldat (lásd c) pont)

3. Na-acetát „ „

4. 1%-os borkősav „ „

5. P_2O_5 standard „ „

6. n NaOH

Eljárás: A vizsgálandó oldatból 2,5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk, fenoltalein jelenlétében n NaOH-dal semlegesítjük, 5 ml 1%-os borkősavat, 2 ml redukáló oldatot és 2 ml ammonmolibdátot, majd 20 perc múlva 10 ml Na acetátot adagolunk a lombikokba, és végül deszt. vízzel jelíg töltjük azokat. A P standardokat a vizsgálandó oldatokhoz hasonlóan kezeljük.

e) *P meghatározás* 0,2 mg/ml-nél több Fe^{+++} jelenlétében.

Szükséges kémszerek:

1—5. u. a. mint a c) pont alatt.

6. 10%-os Na_2SO_3 oldat. 10 g $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ -t 100 ml-es mérőlombikban deszt. vízzel jelíg töltünk. Az oldat naponta frissen készítendő.

Eljárás: A vizsgálandó oldatból 2,5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba töltünk, hozzáadunk 5 ml 10%-os Na_2SO_3 -t és 1 óráig forró vízfürdőn tartjuk. Kihülés után kb. 20 ml deszt. vizet adunk a lombikba, majd az oldatokat a c) pont alatt közölt eljárás szerint kezeljük. A P standardokat a vizsgálandó oldatokhoz hasonlóan kezeljük.

4. Kálium meghatározás.

A vizsgálandó törzsoldat 5 ml-éhez 20 ml H_2O -t adunk, és a K tartalmat lángfotométeren meghatározzuk.

A K standardok készítése. 1,851 g p. a. K_2SO_4 -t 1000 ml-es mérőlombikba mérünk, és deszt. vízzel jelíg töltjük. Az 1 mg/ml K_2O tartalmú oldatból rendre 0,5, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 12, 16, 20, 24 ml-t 100 ml-es mérőlombikba pipettázunk, a lombikokba 15 ml 5 n H_2SO_4 -t adunk, és deszt. vízzel jelíg töltjük. A fenti standardok 0,125—6,0 mg $K_2O/25$ ml-nek felel meg.

$$K_2O\% = \frac{2 \cdot x \cdot b}{c \cdot 100}$$

ahol x = a standardról leolvasott K_2O mg/25 ml érték, b = a törzsoldat térfogata, c = a bemért anyag mennyisége grammal (pl. 2 g bemérés és 100 ml-es törzsoldat esetén a $K_2O\% = x$).

Ö s s z e f o g l a l á s

Megvizsgáltuk, hogy növény- és szervesztrágyaminták H_2SO_4 -as feltárásánál milyen körülmények befolyásolják a feltárt oldat N, P, K tartalmának meghatározását. Megállapítottuk, hogy a H_2SO_4 töménységének ingadozása, továbbá az oldatok SiO_2 , Fe^{+++} és Ca^{++} tartalma mennyiben zavarja a P kolorimetrikus (Photo-Rex) és a K lángfotométeres meghatározását. Általában növénymintákban az általunk alkalmazott és a függelékben részletesen ismertetett módszereknél a Si, Fe, Ca zavaró hatása elhanyagolható. Nagyobb mennyiségű SiO_2 -ot vagy Fe^{+++} -t tartalmazó komposzt minták vizsgálatakor

semlegesítés után borkősavas maszkírozással, ill. előzetes redukcióval küszöbölhető ki a zavaró hatás. A javasolt módszer átlagos relatív hibája még a K esetében sem haladja meg az 5%-ot.

Érkezett: 1960. október 17.

I r o d a l o m

- [1] CAVELL, A. J.: A rapid method for the determination of nitrogen, phosphorus and potassium in plant materials. *J. Sci. Food Agric.* **5**. 195. 1954.
- [2] CSAP, M. L. & LINNIKOVA, T. L.: Fotometricuszkij metod opredelenija valovogo szoderzsanija foszfora v pocve. *Pocsvovedenie* (2) 102—106. 1960.
- [3] McDONNELL, J. J. & MURPHY, C. M. B.: A semimicro Kjeldahl method for nitrogen determination employing the Conway microdiffusion technique. *Trans. int. Soc. Soil Sci., Dublin.* **2**. 74. 1952.
- [4] FADRUS, H. & MOKRA, L.: Fotokolorimetrické stanoveni fosforeinanych aniontu v pritomnosti nadbytku zelezitych iontu. *Aplikace pro rozboru pudnich extraktu. Sborn. Csl. Akad. Žemed. Ved. (Rostl. Vyr.)* **6**. 515—524. 1960.
- [5] GUSZEJNOV, E. M.: Vlijanie szoedineny zseleza na kolorimetricseszkoe opredelenie foszfornoj kiszlotü ammiaka i nitratov. *Dokl. AN. Azerb. SSR., Baku.* **10**. 793—798. 1954.
- [6] HUTTON, R. G. & NYE, P. H.: The rapid determination of the major nutrient elements in plants. *J. Sci. Food Agric.* **9**. 7—13. 1958.
- [7] RAUTERBERG, E. & OSSENBERG-NEUHAUS, H.: Phosphorsäurebestimmung nach der Molybdänblau Methode mit Ascorbinsäure als Reduktionsmittel. *Z. Pflernähr. Düng.* **82**. 46-49. 1958.
- [8] SARKADI, J. et al.: Szervestrágyák „összes”-nitrogén-, foszfor- és kálium-tartalmának gyors meghatározási módszerei. *Agrokémia és Talajtan* **4**. 71—80. 1955.
- [9] SARKADI, J.: Néhány kolorimetrikus foszformeghatározási módszer kritikai értékelése agrokémiai vizsgálatok szempontjából. *Magyar Kémiai Folyóirat.* **64**. 243. 1958.
- [10] SCHMITT, L.: Die Untersuchung von Düngemittel (Methodenbuch II.) Neumann Verl. Radebeul—Berlin. 1954.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПИТАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ В РАСТЕНИЯХ И ОРГАНИЧЕСКИХ УДОБРЕНИЯХ.

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО N, P, K.

Я. Шаркади и М. Крамер

Научно-исследовательский Институт Почвоведения и Агрохимии А. Н. Венгрии, Будапешт

Р е з ю м е

Изучали условия, влияющие на определения содержания N, P, K, при сжигании H_2SO_4 по методу Hutton и Nye. На основании опытов сделали следующие выводы:

1. Время сжигания можно сократить на половину, если кроме катализатора Se прибавить H_2O_2 .

2. Концентрацию H_2SO_4 , установленную весовым путем, проверяли ацидометрическим титрованием, и в 56 случаях получили 22%-ную разницу.

3. Концентрация H_2SO_4 влияет на синюю окраску, полученную по методу «Photo-Rex», а это в свою очередь зависит от определенной концентрации P (рис. 1).

Если мы возьмем 2,5 мл исходного раствора и поместим его в 50 мл колбу, концентрация H_2SO_4 не влияет на лучепоглотательные свойства раствора.

4. При определении SiO_2 и Fe^{+++} мешающее действие также зависит от содержания фосфора и калия (рис. 2, 3, 4). Вообще в анализах растений мешающее действие кальция можно не принимать во внимание и ожидаемое изменение концентрации H_2SO_4 не значительно влияет на результаты (табл. 2, 3, 4).

При анализе компоста, содержащего большое количество Si или железа проводим нейтрализацию винно-каменной кислотой или восстановление железа, тем самым уstra-

нием их мешающее действие. При анализах неизвестных веществ надо сделать предварительные определения на содержание SiO_2 и Fe^{+++} , простым семиквантитивным методом.

При контроле выработанного метода сделаны анализы растений и навоза с прибавлением стандартов, содержащих определенное количество N, P и K.

Из таблицы № 5 видно, что разница между «найденными» и «вычисленными» значениями даже при анализе K_2O не превышает 5%.

Рис. 1. Взаимоотношение между содержанием H_2SO_4 растворов и экстинцией (выражено в P_2O_5).

Рис. 2. Влияние концентрации SiO_2 на «найденное» содержание P_2O_5 . 1. Без предварительной нейтрализации. 2. С предварительной нейтрализацией.

Рис. 3. Влияние концентрации Fe^{+++} на «найденное» содержание P_2O_5 в присутствии винно-каменной кислоты. 1. Без предварительного восстановления. 2. С предварительного восстановления.

Рис. 4. Влияние концентрации H_2SO_4 на «найденное» содержание K_2O .

Табл. 1. Изменение концентрации H_2SO_4 исходных растворов в зависимости от различного количества их. (1) число исследований; (2) исследуемое вещество: (а) семена пшеницы, (в) стебель кукурузы, (с) солома пшеницы, (d) навоз, (е) всего; (3) навеска в граммах; (4) вес сжигаемого вещества после добавления серной кислоты; (5) объем исходного раствора; (6) содержание H_2SO_4 исходного раствора в мг/мл. (Средняя максимальная, минимальная и наибольшая разница в % от средней и вычисленной.)

Табл. 2. Влияние содержания H_2SO_4 исходных растворов на мешающее действие SiO_2 . (В присутствии винно-каменной кислоты.) (1) взятое количество P_2O_5 ; (2) без предварительной нейтрализации, данное количество SiO_2 и найденный P_2O_5 , а также разница в относительном проценте; (3) с предварительной нейтрализацией.

Табл. 3. Влияние содержания Fe^{+++} исходных растворов на мешающее действие Fe (в присутствии винно-каменной кислоты); (2) взятое количество P_2O_5 , (а) без предварительного восстановления; (3) содержание Fe^{+++} , P_2O_5 и разница в относительном %о, в случае предварительного восстановления.

Табл. 4. Влияние содержания H_2SO_4 исходного раствора на мешающее действие Са при определении К. (1) взятое количество K_2O и СаО; (2) полученное количество K_2O в мг/50-мл. в присутствии 1520, 1835 и 2060 мг H_2SO_4 ; (3) разница в относительном %о с при различных количествах H_2SO_4 .

Табл. 5. Результаты контрольных исследований. (1) исследованный образец: а) зерно пшеницы, в) солома, с) зерно кукурузы, d) солома кукурузы, е) сено вики, g) компост, h) среднее; (2) прибавленное вещества N, P_2O_5 и K_2O в мг/1 гр вещества; (3) полученные значения; (4) отклонение от вычисленных данных.

Prüfung des Nährstoffgehaltes in Pflanzenmaterial und in organischem Dünger

I. Bestimmung des gesamten N-, P- und K-Gehaltes

J. SARKADI und M. KRÁMER

Forschungsinstitut für Bodenkunde und Agrilkulturchemie der Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Budapest

Zusammenfassung

Es wurde geprüft durch welche Bedingungen die Bestimmung des N-, P- und K-Gehaltes der Lösung, bei Aufschließen mit dem H_2SO_4 -Verfahren nach Hutton-Nye beeinflusst wird.

Die Versuche ergaben folgende Feststellungen:

1. Wenn zu dem bereits geschwärzten Prüfmaterial außer dem Se-Katalysator noch H_2O_2 hinzugegeben wird, kann die Zeitdauer des Aufschlusses auf die Hälfte reduziert werden.

2. Die mit Wägung eingestellte H_2SO_4 -Konzentration wurde mit azidimetrischer Titrierung kontrolliert und im Laufe einer Serienprüfung von 56 Proben ergaben sich gegenüber der berechneten Konzentration höchstens 22%-ige Abweichungen (Tabelle 1).

3. Der Zusammenhang zwischen der H_2SO_4 -Konzentration und der Extinktion des mit „Photo-Rex“-Methode reduzierten Ammoniummolybdat-Komplexes wird

durch die P-Konzentration beeinflusst (Abb. 1). Falls aber 2,5 ml der Stammlösung mit Pipette in 50 ml-Meßkolben überführt wird, übt die zu erwartende H_2SO_4 -Schwankung auf die Lichtabsorption der Lösung keinen Einfluß aus.

4. Die Störung durch Si^{--} und Fe^{+++} bei der Bestimmung der Phosphorsäure, sowie durch Ca^{++} bei der Bestimmung von K^{++} hängt vom Gehalt der Stammlösung in dem zu bestimmenden Elemente ab (Abb. 2, 3, 4). In allgemeinen ist diese bei Pflanzenproben bedeutungslos und auch die möglichen Schwankungen der H_2SO_4 -Konzentration übt auf die Ergebnisse keinen wesentlichen Einfluß aus (Tab. 2, 3, 4).

Bei Kompostproben, die größere Mengen von Si^{--} oder Fe^{+++} enthalten, kann die Störung durch Weinsteinsäure-Maskierung nach Neutralisierung bzw. vorangehender Reduktion ausgeschaltet werden. Bei unbekanntem Prüfmaterial ist vor allem mit einfacher semi-quantitativer Prüfung Auskunft über den SiO_2 bzw. Fe^{+++} -Gehalt der Lösung einzuholen.

Zur Kontrolle des im Laufe dieser Prüfungen ausgearbeiteten und im Anhang ausführlich beschriebenen Verfahrens wurden einige Pflanzen- und organische Düngerproben auch mit Beigabe von bekannten N-, P- und K-Mengen geprüft. Laut Tabelle 5 lag die relative Abweichung zwischen den »gefundenen« und den »berechneten« Werten — selbst bei der K_2O -Bestimmung — unter 5%.

Abb. 1. Zusammenhang zwischen H_2SO_4 -Gehalt und der Extinktion der Lösungen (im gefundenen P_2O_5 ausgedrückt).

Abb. 2. Einfluß der SiO_2 -Konzentration auf die gefundene P_2O_5 -Menge. 1. Ohne vorangehende Neutralisierung, 2. mit vorangehender Neutralisierung.

Abb. 3. Einfluß der Ferri-Ion-Konzentration auf die in Gegenwart von Weinsteinsäure »gefundenen« P_2O_5 -Menge. 1. Ohne vorangehende Reduktion, 2. bei vorangehender Reduktion.

Abb. 4. Einfluß der H_2SO_4 -Konzentration auf den »gefundenen« K_2O -Gehalt.

Tabelle 1. Schwankungen in der H_2SO_4 -Konzentration bei verschiedenen Arten der Einwägung. (1) Zahl der Prüfungen. (2) Prüfmaterial. (a) Weizenkörner, b) Maisstengel, c) Weizenstroh, d) Stalldung, e) Gesamt. (3) Eingewogene Menge, in g (4) Gewicht des aufgeschlossenen Materials, in g, nach H_2SO_4 -Zugabe, (5) Volum der Stammlösung, (6) H_2SO_4 -Gehalt der Stammlösung in mg/ml/ Mittel, Maximum, Minimum und größte perzentuelle Abweichung vom Mittel, sowie vom berechneten Wert).

Tabelle 2. Einfluß des H_2SO_4 -Gehaltes der Stammlösung auf die störende Wirkung von SiO_2 (in Gegenwart von Weinsteinsäure). (1) Eingewogene P_2O_5 -Menge, (2) Ohne vorangehende Neutralisierung geprüft; gegebene SiO_2 und gefundene P_2O_5 -Menge, sowie relatives Prozent der Abweichung, (3) bei vorangehender Neutralisierung geprüft.

Tabelle 3. Einfluß des Fe^{+++} -Gehaltes der Stammlösung auf die störende Wirkung von Fe (in Gegenwart von Weinsteinsäurelösung). (1) Eingewogene P_2O_5 -Menge, (2) Ohne vorangehende Reduktion; Fe^{+++} , ermitteltes P_2O_5 und rel. Prozent der Abweichung.

Tabelle 4. Einfluß des H_2SO_4 -Gehaltes der Prüflösung auf die störende Wirkung von Ca bei der K-Bestimmung. (1) Eingewogene K_2O - und CaO-Menge, (2) Ermittelte K_2O -Menge mg/50 ml, in Gegenwart von 1520, 1835 und 2060 mg H_2SO_4 , (3) Abweichungen in rel. Prozent ausgedrückt, bei verschiedenen Mengen von H_2SO_4 .

Tabelle 5. Ergebnisse der Kontrollprüfungen. (1) Material (2) zugesetzte N-, P_2O_5 - und K_2O - mg je 1 g Prüfmaterial, (3) beobachtete Werte, (4) Abweichung von den berechneten Werten.